



①9 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENT- UND  
MARKENAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑩ **DE 100 16 962 A 1**

⑤ Int. Cl. 7:  
**B 01 L 7/00**  
G 01 J 5/08  
B 01 J 19/12  
B 01 J 3/04

⑳ Aktenzeichen: 100 16 962.7  
㉑ Anmeldetag: 6. 4. 2000  
㉒ Offenlegungstag: 25. 10. 2001

DE 100 16 962 A 1

㉓ Anmelder:  
Berghof Laborprodukte GmbH, 72800 Eningen, DE  
  
㉔ Vertreter:  
Patentanwälte Dr. Boeters, Bauer, Dr. Forstmeyer,  
81541 München

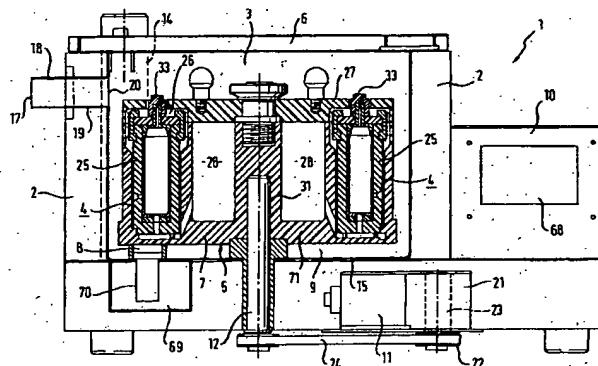
㉕ Erfinder:  
Krämer, Rainer, Dr., 72800 Eningen, DE  
  
㉖ Entgegenhaltungen:  
DE 44 12 887 C2  
DE 44 19 590 A1  
Fresenius J Anal Chem, Vol. 361 (1998) S. 90-95;

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

㉗ Vorrichtung zum Aufschluß von Chemikalien

㉘ Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zum Aufschluß von Chemikalien unter Druck und Temperatur in einem Mikrowellenofen (1). Der Mikrowellenofen (1) weist ein mikrowellendichtes Gehäuse (2) mit einem Aufschlußraum (3) auf. Mehrere Druckgefäße (4) aus mikrowellendurchlässigem Material zur Aufnahme von Probenmaterial können in einer Transporteinrichtung zum In-Bewegung-Halten der Druckgefäße (4) in dem Mikrowellenofen (1) untergebracht werden. Die Vorrichtung zeichnet sich durch einen seitlich wegschwenkbaren Schwenkdeckel (6) aus, der zum Öffnen und mikrowellendichten Schließen des Aufschlußraumes und zum Beschicken des Aufschlußraumes mit einem Drehgestell (7) mit Druckgefäßen (4) von oben geeignet ist. Die Mikrowelleneinkopplung erfolgt über eine koaxiale Durchführung (70) und eine Antenne (8) in dem Bodenbereich (9) des Aufschlußraumes (3), und die Mikrowellenenergie wird mittels einer Regelvorrichtung (10) regelbar, wobei in die Regelvorrichtung ein Mikroprozessor, ein Antriebsmotor (11), eine zentrale Drehwelle (12), die in den Aufschlußraum hineinragt und mit dem Drehgestell (7) zusammenwirkt, eingeschlossen ist. Die Antriebswelle (12) wird durch die Regelvorrichtung derart gesteuert, daß ein erstes Druckgefäß (4) in einer Erfassungs- und Regelposition für die Innentemperaturregelung des Druckgefäßes (4) positionierbar ist und nach wenigstens einer Umdrehung des Drehtellers (7) ein weiteres Druckgefäß (4) in der Erfassungs- und Regelposition angeordnet ist.



DE 100 16 962 A 1

[0001] Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zum Aufschluß von Chemikalien entsprechend dem Oberbegriff des Anspruchs 1.

[0002] Eine derartige Vorrichtung ist aus der Patentschrift 44 12 887 C2 bekannt und kann Chemikalien unter Druck und Temperatur in einem Mikrowellenofen aufschließen. Dazu weist der in einem mikrowellendichten Gehäuse eingebaute Aufschlußraum mehrere Druckgefäße aus mikrowellendurchlässigem Material zur Aufnahme des Probenmaterials auf und eine Transporteinrichtung sorgt dafür, daß die Druckgefäße in dem Mikrowellenofen in Bewegung gehalten werden. Die aus DE 44 12 887 C2 bekannte Vorrichtung hat den Nachteil, daß mit zunehmender Zahl von Druckgefäßen die Handhabung und Bedienung der Vorrichtung schwierig bis fast unmöglich wird. Darüber hinaus ist die aus der Druckschrift bekannte Temperaturregelung für mehrere Druckgefäße in einem Aufschlußraum nicht optimiert und für keramikverstärkte Druckgefäße ungeeignet.

[0003] Aufgabe der Erfindung ist es, die aus der Patentschrift DE 44 12 887 C2 bekannte Vorrichtung in ihrer Handhabung und Temperaturerfassung von mehreren Druckgefäßen in einem Aufschlußraum zu verbessern.

[0004] Gelöst wird diese Aufgabe mit den Merkmalen des Gegenstandes des unabhängigen Anspruchs 1. Vorteilhafte Weiterbildungen der Erfindung ergeben sich aus den Unteransprüchen.

[0005] Erfindungsgemäß weist die Vorrichtung einen Mikrowellenofen mit einem mikrowellendichten Gehäuse auf, das einen Aufschlußraum mit mehreren Druckgefäßen aus mikrowellendurchlässigem Material zur Aufnahme des Probenmaterials umschließt. Zum Öffnen und Schließen des Aufschlußraumes und zum Beschießen des Aufschlußraumes mit mehreren Druckgefäßen weist die Vorrichtung einen seitlich wegschwenkbaren Schwenkdeckel auf, so daß mehrere Druckgefäße in einem Drehgestell von oben aus in dem Aufschlußraum angeordnet werden können.

[0006] Zur Aufheizung der Druckgefäße in dem Druckgestell weist der Aufschlußraum in seinem Bodenbereich eine Mikrowellenantenne auf, in die Mikrowellenenergie eines Magnetrons über eine Mikrowellenleitung und eine Auskoppeleinrichtung aus der Mikrowellenleitung in die Mikrowellenantenne übertragen wird. Die Mikrowellenenergie des Magnetrons ist mittels einer Regelvorrichtung regelbar, wobei die Regelvorrichtung zusätzlich einen Mikroprozessor, einen Antriebsmotor mit einer zentralen, in den Aufschlußraum hineinragenden Antriebswelle zum Steuern des Drehgestells aufweist. Die Regelvorrichtung steuert die Antriebswelle derart, daß ein erstes der Druckgefäße in einer Erfassungs- und Regelungsposition für die Innentemperatur des Druckgefäßes positionierbar ist und nach wenigstens einer Umdrehung des Drehtellers ein weiteres Druckgefäß in der Erfassungs- und Regelposition angeordnet ist.

[0007] Eine derartige Vorrichtung hat den Vorteil, daß außerhalb des Mikrowellenofens ein komplettes Drehgestell vorbereitet und eingerichtet werden kann und anschließend von oben aus nach seitlichem Wegschwenken des Schwenkdeckels auf die Antriebswelle gesteckt werden kann, so daß unmittelbar der Aufschlußprozeß nach Schließen des Schwenkdeckels beginnen kann. Darüber hinaus hat die Vorrichtung den Vorteil, daß das Drehgestell auch separat von den Druckgefäßen im Aufschlußraum montiert werden kann und anschließend die präparierten Druckgefäße mit Probenmaterial in die entsprechenden dafür vorgesehenen Positionen in dem Drehgestell eingebracht werden können. Beide Bestückungsvorgänge sind mit dieser Vorrichtung durchführbar, was mit dem bekannten Mikrowellenofen

nicht möglich ist.

[0008] Die zentrale Antriebswelle kann derart stabil gelagert und ausgeführt werden, daß sie ohne zusätzliche Stützlagerungen das gesamte Drehgestell mit wenigen Handgriffen aufnehmen und tragen kann. Jedoch ist auch eine Automatenbestückung mit dieser Vorrichtung möglich, da die Handhabungsfolge stark vereinfacht und folglich automatengerecht ausgelegt ist.

[0009] Der erfindungsgemäße Wechsel zwischen Drehbewegung und Meßpause hat den Vorteil, daß mit der wenigstens einen Umdrehung zwischen den Meßpausen ungleichmäßige Energieverteilungen im Aufschlußraum ausgeglichen werden und nicht zu unterschiedlichen Aufheizungen des Probenmaterials in den Druckgefäßen führen. Darüber hinaus ist das Versetzen des Drehtellers um mindestens eine weitere Druckgefäßposition nach wenigstens einer Umdrehung des Drehtellers mit dem Vorteil verbunden, daß nacheinander die Temperaturen von jedem der Druckgefäße überprüft und die Mikrowellenenergie entsprechend angepaßt wird, so daß ein unbeabsichtigtes Auseinanderdriften der Temperaturen in den Druckgefäßen unterbunden wird und übermäßige Erhitzung eines der Druckgefäße rechtzeitig erkannt werden kann, um den Aufschlußvorgang, falls erforderlich, abubrechen.

[0010] In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung ist der Schwenkdeckel am Kopfende einer drehbar gelagerten senkrechten Tragwelle befestigt. Die Tragwelle erstreckt sich über die gesamte Bauhöhe des Mikrowellenofens und wird vorzugsweise an einer Bodenplatte des Gehäuses und einer Abdeckplatte des Gehäuses in entsprechend weitem Abstand voneinander gelagert, so daß die Drehmomente im ausgeschwenkten Zustand des Schwenkdeckels von den Lagern ohne Beeinträchtigung der Präzision aufgenommen werden können.

[0011] Der Schwenkdeckel ist vorzugsweise aus einer Aluminiumlegierung, so daß er mikrowellendicht den Aufschlußraum nach oben im Betrieb abschließen kann, und weist zusätzlich eine  $\lambda/4$ -Ringnut auf, die ein Entweichen von Mikrowellenenergie durch den Spalt zwischen Gehäuseabdeckplatte und Schwenkdeckelunterseite verhindert.

[0012] In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der Erfindung sind elektrische Sicherheitsschalter an der Tragwelle des Schwenkdeckels angeordnet, die mit der Steuer- und Regelungsvorrichtung zusammenwirken, um unter anderem ein Einschalten der Mikrowellenenergie bei geöffnetem Deckel zu verhindern.

[0013] In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der Erfindung ist der Schwenkdeckel in seiner den Aufschlußraum schließenden Position in einen Verriegelungsmechanismus der Vorrichtung einrastbar. Ein derartiger Verriegelungsmechanismus hat den Vorteil, daß der Schwenkdeckel nicht unbeabsichtigt, beispielsweise mitten in einem Aufschlußzyklus, geöffnet werden kann.

[0014] Der Aufschlußraum steht im Gegensatz zu den Druckgefäßen unter keinem Überdruck. Jedoch weist aus Sicherheitsgründen das Gehäuse eine Absaugöffnung mit Saugstutzen auf, die über ein Verbindungsrohr mit einer Öffnung in der Innenwand des Aufschlußraumes kommuniziert. Mit dieser Ausführungsform wird erreicht, daß eventuell in den Aufschlußraum aus den Druckgefäßen entwichene Gase vor dem Öffnen des Schwenkdeckels abgesaugt werden können, so daß die Sicherheit für das Bedienungspersonal erhöht ist.

[0015] In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform treibt der Antriebsmotor über ein Getriebe und eine Antriebswelle eine Riemenscheibe an, die über einen Antriebsriemen mit der Antriebswelle gekoppelt ist, wobei der Antriebsmotor und das Getriebe mit einem Regler in Wirkver-

bindung stehen. Dazu wird als Antriebsmotor vorzugsweise ein Schrittmotor eingesetzt und als Antriebsriemen ein Zahnriemen verwendet, um positionsgenau und schrittweise die Antriebswelle zu positionieren, insbesondere in der Meßphase, in der es darauf ankommt, daß die Erfassungs- und Meßposition eines der Druckgefäße gegenüber der Position eines Temperatursensors in dem Wandbereich des Aufschlußraums genau eingehalten wird.

[0016] Um eine Temperaturerfassung mittels Infrarotmessung nicht zu behindern, ist das Drehgestell vorzugsweise aus einem Kunststoffmaterial, das eine Transmission für die Infrarotstrahlung des Probenmaterials bzw. der Reaktionsatmosphäre im Innern des Druckgefäßes zuläßt. Gleichzeitig ist vorzugsweise das Drehgestell aus einem mikrowellendurchlässigen Material, um eine gleichmäßige Aufheizung der Druckgefäße in dem Drehgestell ungehindert zu gewährleisten.

[0017] In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung ist das Drehgestell zur Aufnahme von Keramikdruckgefäßen mit Schutzkammern und einer Abdeckung ausgestattet, wobei die Schutzkammern derart ausgestaltet sind, daß sie jedes einzelne Keramikdruckgefäß umgeben. Die Schutzkammern werden nach oben von einer Abdeckung abgeschlossen, die vorzugsweise für jede Schutzkammer eine Öffnung aufweist, durch welche eine Ablaßventilmutter der Druckgefäße hindurchragt, so daß die Ablaßventilmutter außerhalb des Drehgestells vor der Abnahme der Abdeckung und vor der Entnahme der Druckgefäße aus dem Drehgestell von außen betätigt werden kann, um eventuell verbliebenen Überdruck in dem Druckgefäß vor der Entnahme der Druckgefäße nach einem Aufschlußzyklus abzulassen.

[0018] In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der Erfindung weist das Drehgestell einen zentralen Bereich auf, der auf die Antriebswelle im Aufschlußraum steckbar ist und einen abgedeckten Ringraum aufweist, der den zentralen Bereich umgibt und der über kommunizierende Bohrungen mit jeder der Schutzkammern verbunden ist, die ihrerseits radial auswärts um den Ringraum herum angeordnet sind. Diese Ausführungsform der Erfindung hat den Vorteil, daß austretende Substanz aus den Druckgefäßen von dem Drehgestell aufgenommen wird, ohne den Aufschlußraum zu belasten. Insbesondere beim Bersten eines der Druckgefäße kann der über die kommunizierenden Bohrungen angeschlossene Ringraum für eine sofortige Entspannung des hohen Druckes sorgen und dem Sammeln des ausgetretenen Probenmaterials dienen. Dazu sind die kommunizierenden Bohrungen zwischen Ringraum und den einzelnen Schutzkammern im Bodenbereich der Schutzkammern und des Ringraumes angeordnet. Diese bevorzugte Ausführungsform der Erfindung hat den Vorteil, daß keine besonderen Manipulationen zur Verbindung des Ringraumes mit den Druckgefäßen erforderlich ist, so daß bei, Bestücken lediglich die Druckgefäße in den Schutzkammern in der vorgesehenen passenden Positionierung einzubringen sind und die Abdeckung der Schutzkammern vorzunehmen ist.

[0019] In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform ist das Drehgestell ein zylindrischer Kunststoffblock, der Zylinderbohrungen als Schutzraumkammern für Druckgefäße, als Kopplungsbohrung zur Antriebswelle und als Ringraum zum Sammeln von Probenresten mit einer angepaßten Abdeckung aufweist. Ein derartiger Kunststoffblock hat gegenüber einzelnen Schutzkammern, die mit einem Ringraum zum Sammeln von Probenresten zu verbinden sind, den Vorteil, daß er als kompaktes Drehgestell gefertigt werden kann und als solches komplett auf die Antriebswelle steckbar ist. Darüber hinaus hat ein derartiger Kunststoffblock den Vorteil des einheitlichen mikrowellendurchlässi-

gen Materials, das auch für die Transmission von Infrarotstrahlung zur Temperaturmessung des Probenmaterials während des Aufschlußprozesses geeignet ist. Darüber hinaus erhöht ein derartiger Kunststoffblock die Sicherheit der Anlage, da die Druckgefäße nicht frei im Aufschlußraum stehen und damit der Aufschlußraum durch das Material des Kunststoffblockes vor eventuell austretenden Chemikalien geschützt bleibt. Somit kann die Lebensdauer der Anlage und insbesondere die Unversehrtheit des Aufschlußraumes erheblich verbessert werden, und die Mikrowelleneinkopplungsantenne sowie die Lagerung der Antriebswelle in idealer Weise geschützt werden.

[0020] In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der Erfindung weisen die Schutzkammern in ihrem inneren Bodenbereich Paßformen auf, die Paßformen im äußeren Bodenbereich der Druckgefäße zur Positionierung der Druckgefäße in den Schutzkammern entsprechen. Derartige aufeinander abgestimmte Paßformen sichern die Positionierung, insbesondere in bezug auf vorgesehene Temperaturmeßflächen auf der Mantelfläche der Druckgefäße, wenn diese in die Temperaturerfassungs- und -meßposition gefahren werden.

[0021] Um einen besonders hohen Druck beim Aufschluß von Chemikalien in den Druckgefäßen zulassen zu können, der 10 MPa übersteigt, weisen die Druckgefäße einen Keramikdruckbehälter mit einem Kunststoffeinsatz auf. Da der Aufschlußdruck durch den Keramikdruckbehälter aufgenommen wird, kann der Kunststoffeinsatz entsprechend dünnwandig ausgeführt werden.

[0022] Jedoch ist ein derartiger Keramikdruckbehälter nicht für den Infrarotwärmestrahlenbereich der aufzuschließenden chemikalischen Proben durchlässig, so daß vorzugsweise trichterförmige Meßbohrungen als Temperaturmeßfenster in dem Mantelbereich des Keramikdruckbehälters vorgesehen sind. Diese Temperaturmeßfenster sind in der Erfassungs- und Meßposition der Druckbehälter genau gegenüberliegend zu dem Infrarotmeßaufnehmer angeordnet.

[0023] Der Infrarotmeßaufnehmer besteht vorzugsweise aus einem Bleisulfidphotowiderstand, der für diesen Infrarottemperaturbereich empfindlich ist. Der Infrarottemperaturfühler oder Meßaufnehmer ist über eine Öffnung in der Innenwand des Aufschlußraumes genau gegenüber dem Temperaturmeßfenster im Mantelbereich des Druckgefäßes angeordnet, wenn das Druckgefäß in der Erfassungs- und Meßposition durch die Steuer- und Regelungsvorrichtung positioniert worden ist.

[0024] In einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung weist der Keramikdruckbehälter neben der trichterförmigen Meßöffnung für die Temperaturerfassung eine zentrale Bohrung im Bodenbereich des Keramikdruckbehälters auf. Der Innenboden des Keramikdruckbehälters ist darüber hinaus vorzugsweise mit einer Berstscheibenhalteplatte aus Kunststoff ausgestattet, die eine zentrale Bohrung aufweist, welche der zentralen Bohrung im Bodenbereich des Keramikbehälters entspricht und durch eine Berstscheibe abgedeckt ist. Somit wird in dieser Ausführungsform der Vorrichtung sichergestellt, daß bei Überdruck in dem Druckgefäß den Boden des Kunststoffeinsatzes über die Berstscheibe aufbrechen kann und sich der Überdruck über die kommunizierende Bohrung zu dem Ringraum entspannen und damit das austretende Reaktionsatmosphäre abkühlen kann.

[0025] Um ein Aufbrechen des Kunststoffeinsatzes im Bodenbereich zu gewährleisten, ist vorzugsweise eine Schwachstelle oder Sollbruchstelle verminderter Materialstärke im Bodenbereich des Kunststoffeinsatzes vorgesehen. Die Fläche der Schwachstelle verminderter Wandstärke entspricht der Größe der Berstscheibe, die zwischen

Schwachstelle und der Berstscheibenhalteplatte angeordnet ist. Die Berstscheibe kann auf der Berstscheibenhalteplatte derart fixiert sein, daß sie bei Unversehrtheit nach einem Aufschlußzyklus nicht auszutauschen ist.

[0026] Das Material der Berstscheibe ist vorzugsweise eine Metallfolie, insbesondere eine Aluminiumlegierungsfolie, während das Material der Berstscheibenhalteplatte ein Kunststoff ist, vorzugsweise ein Polyaryletherketon. Während der Keramikdruckbehälter aus einem Aluminiumoxidwerkstoff ist, wird dieser von einer Kunststoffdeckelplatte verschlossen. Diese Kunststoffdeckelplatte wird vorzugsweise mittels einer zweiteiligen Verschlussklammer auf den Keramikdruckbehälter in einem Preßsitz gehalten. Dazu ist die Deckelplatte aus dem gleichen Werkstoff wie die Berstscheibenhalteplatte, nämlich Polyaryletherketon. Das Polyaryletherketon zeichnet sich gegenüber dem Material des Kunststoffeinsatzes durch seine höhere Festigkeit und Formstabilität aus.

[0027] Die Deckelplatte weist vorzugsweise eine zentrale Bohrung auf, durch die eine Ablassventilschraube eines Entgasungsventils nach außen hindurchragt, wobei die Ablassventilschraube ein integraler Bestandteil eines Kunststoffdeckels ist, der den Kunststoffeinsatz des Keramikdruckgefäßes verschließt. Auf die Ablassventilschraube kann eine Ablassventilmutter gedreht werden, deren Ventilbohrung so lange verschlossen ist, wie die Ablassventilmutter fest auf der Ablassventilschraube sitzt. Sobald die Ablassventilmutter jedoch etwas gegenüber der Ablassventilschraube gelöst wird, kann über die Ventilbohrung der Druck in dem Innenraum des Keramikdruckbehälters über eine Drosselbohrung in der Ablassventilschraube und die Ventilbohrung in der Ablassventilmutter abgebaut werden.

[0028] In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform wird der Kunststoffeinsatz durch einen Kunststoffdeckel abgeschlossen, dessen Innenkontur domförmig zum Inneren des Kunststoffeinsatzes ausgebildet ist und eine ringförmige Dichtlippe, die im Querschnitt keilförmig auf die zylindrische Innenfläche des Kunststoffeinsatzes zulaufend geformt ist, aufweist. Durch die domförmige Ausbildung mit ringförmiger Dichtlippe des Kunststoffdeckels des Kunststoffeinsatzes wird dieser gasdicht im Deckelbereich abgeschlossen, sobald sich im Innenraum des Druckgefäßes ein Überdruck aufbaut, der die ringförmige Dichtlippe an die Innenwand des Kunststoffeinsatzes preßt. Der Druck auf den Deckel wird durch eine zweiteilige Verschlussklammer, welche die Deckelplatte auf den Keramikdruckbehälter preßt, aufgenommen, so daß mit dieser erfindungsgemäßen Anordnung Arbeits- und Betriebsdrücke in den Druckbehältern über 10 MPa möglich werden.

[0029] Aufgrund der höheren Resistenz gegenüber Chemikalien im Vergleich zu Polyaryletherketon wird für den Kunststoffdeckel des Kunststoffeinsatzes und für den Kunststoffeinsatz selbst vorzugsweise ein Polytetrafluorethylen eingesetzt. Dieses Polytetrafluorethylen hat sich nicht nur wegen seiner hohen Temperaturbeständigkeit bewährt, sondern ist für die Wärmestrahlung zum Erfassen der Temperatur der aufzuschließenden Chemikalien im Druckgefäß durchlässig. Somit ist lediglich eine trichterförmige Meßbohrung zur Erfassung der Aufschlußtemperatur im Keramikdruckbehälter erforderlich.

[0030] In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform weist das Drehgestell einen massiven Drehteller mit Paßformen zur Aufnahme der Bodenbereiche der Druckgefäße auf. In dieser Ausführungsform trägt der Drehteller zusätzlich einen zentralen Aufbau, der einen ringförmigen Behälter mit einer Abdeckung aufweist, wobei die Abdeckung des ringförmigen Behälters Öffnungen aufweist, in die ein Rohransatz eines Überlaufs eines der Druckgefäße hineinragt.

[0031] Bei dieser Ausführungsform wird der Druckausgleich und die unmittelbare Abkühlung der heißen Reaktionsgase beim Bersten einer Berstscheibe nicht durch kommunizierende Bohrungen erreicht, sondern durch einen Überlauf im Kopfbereich des Druckgefäßes. Dazu ist der Überlauf durch eine Berstscheibe im Kopf- oder Deckelbereich des Druckgefäßes gesichert. Eine derartige Vorrichtung ist insbesondere für Druckgefäße aus Vollkunststoff geeignet, da beim Vollkunststoff ein Zerschneiden der Gefäße in viele Bruchstücke, wie sie bei Keramikdruckbehältern auftreten können, nicht gegeben ist, und somit auf eine das Druckgefäß umgebende Schutzkammer verzichtet werden kann. Darüber hinaus hat diese Ausführungsform der Vorrichtung den Vorteil, daß keinerlei Temperaturmeßbohrungen im Mantelbereich des Druckgefäßes vorzusehen sind, wenn ein Kunststoff eingesetzt wird, der für die Infrarotstrahlung der Reaktionsprodukte im Aufschlußbereich des Druckgefäßes durchlässig ist.

[0032] Anstelle einer Berstscheibe im Deckelbereich des Druckgefäßes kann in dieser Ausführungsform auch ein Überdruckventil vorgesehen werden. Ein Überdruckventil hat den Vorteil, daß es wiederverwendbar ist, da es bei Überdruck öffnen und bei Unterschreiten des zulässigen Druckes schließt. Das Druckgefäß selbst ist dazu aus einem massiven Kunststoff, vorzugsweise aus Polytetrafluorethylen, hergestellt. Der zugehörige Drehteller ist in dieser bevorzugten Ausführungsform ebenfalls aus Polytetrafluorethylen gebildet.

[0033] In einer weiteren bevorzugten Ausführungsform der Erfindung weist die Vorrichtung eine interaktive Anzeigentafel auf, die in Wirkverbindung mit der Regelvorrichtung steht und Betriebszustände anzeigt, Parameteränderungen aufnimmt und den Gesamtverlauf eines Aufschlußzyklus steuert und protokolliert. Derartige Anzeige- und Aufzeichnungsgeräte erleichtern den Betrieb und die Handhabung der Vorrichtung und ermöglichen eine Automatisierung der Abläufe eines Aufschlußzyklus.

[0034] Die Erfindung wird nun anhand von bevorzugten Ausführungsformen unter Zuhilfenahme der beigelegten Figuren näher erläutert.

[0035] Fig. 1 zeigt einen teilweisen Querschnitt durch eine Vorrichtung zum Aufschluß von Chemikalien gemäß einer ersten Ausführungsform der Erfindung.

[0036] Fig. 2 zeigt eine prinzipielle Draufsicht auf eine Vorrichtung gemäß der Ausführungsform der Erfindung nach Fig. 1.

[0037] Fig. 3 zeigt einen Querschnitt durch ein Drehgestell zur Aufnahme von Keramikdruckgefäßen gemäß einer Ausführungsform der Erfindung nach Fig. 1.

[0038] Fig. 4 zeigt einen Querschnitt durch ein Keramikdruckgefäß gemäß der Ausführungsform der Erfindung nach Fig. 1.

[0039] Fig. 5 zeigt einen teilweisen Querschnitt durch eine Vorrichtung zum Aufschluß von Chemikalien gemäß einer zweiten Ausführungsform der Erfindung.

[0040] Fig. 1 zeigt einen teilweisen Querschnitt durch eine Vorrichtung zum Aufschluß von Chemikalien gemäß einer ersten Ausführungsform der Erfindung, die dazu dient, unter Druck und Temperatur in einem Mikrowellenofen 1 mit einem mikrowellendichten Gehäuse 2 den Aufschluß von Materialien zu bewirken. Dazu weist die Vorrichtung nach Fig. 1 einen Aufschlußraum 3 auf, der mehrere Druckgefäße 4 aus mikrowellendurchlässigem Material aufnehmen kann. Eine Transporteinrichtung 5 hält die Druckgefäße 4 in dem Mikrowellenofen 1 innerhalb des Aufschlußraumes 3 in Bewegung.

[0041] Zum Öffnen und Schließen des Aufschlußraumes 3 ist ein seitlich orthogonal zur Bildebene wegschwenkbarer

Schwenkdeckel 6 angeordnet, der nach dem Öffnen ein Bestücken des Aufschlußraumes 3 mit einem Drehgestell 7 freigibt. Das Drehgestell 7 besteht in dieser Ausführungsform aus einem Kunststoffblock 71, der zylindrisch aufgebaut ist und im Zentrum eine Kupplungsbohrung 31 aufweist, die mit einer in dem Aufschlußraum zentral hineinragenden Antriebswelle 12 nach dem Einbringen des Kunststoffblockes 71 verbunden ist.

[0042] Das Probenmaterial in den Druckgefäßen 4 wird mittels Mikrowellenenergie unmittelbar aufgeheizt, da alle umgebenden Teile einschließlich der Druckgefäße 4 aus mikrowellendurchlässigem Material geformt sind. Die Mikrowellenenergie wird von einem nichtgezeigten Magnetron in einen Hohlleiter 69 eingespeist und über eine koaxiale Durchführung, die in dieser Ausführungsform exzentrisch im Boden des Aufschlußraumes 3 angeordnet ist, einer Mikrowellenantenne 8 im Bodenbereich 9 des Aufschlußraumes 3 zugeführt.

[0043] Aufgrund der Kunststoffausführung von Druckgefäßen 4 und Kunststoffblock 71 breitet sich die Mikrowelle relativ gleichmäßig im Volumen aus. Um dennoch die Druckgefäße 4 mit ihren Probenmaterialien vollständig homogen an die Mikrowellenenergieeinkopplung zu koppeln, wird der zylindrische Kunststoffblock 71 in Bewegung gehalten.

[0044] Die Mikrowellenenergie des Magnetrons ist mittels einer Regelvorrichtung 10 regelbar, wobei die Regelvorrichtung außerdem einen Mikroprozessor, einen Antriebsmotor 11 mit einer zentralen in den Aufschlußraum hineinragenden Antriebswelle 12 zum Steuern des Drehgestells 7 aufweist. Die Antriebswelle 12 wird derart gesteuert, daß ein erstes Druckgefäß 4 in einer Erfassungs- und Regelposition für die Innentemperatur des Druckgefäßes 4 positioniert ist und nach wenigstens einer Umdrehung des Drehgestells 7 ein weiteres Druckgefäß 4 in der Erfassungs- und Regelposition angeordnet ist.

[0045] Fig. 2 zeigt eine prinzipielle Draufsicht auf eine Vorrichtung gemäß einer Ausführungsform der Erfindung nach Fig. 1. Bei dieser prinzipiellen Skizze sind die übereinander angeordneten Einrichtungen der Vorrichtung zum Aufschluß von Chemikalien ohne Bestückung mit einem Drehgestell gezeigt. Das mikrowellendichte Gehäuse 2 ist im wesentlichen rechteckförmig mit einer kreissegmentartigen Auswölbung auf der Frontseite 72. Der topfartige Aufschlußraum 3 ist lediglich als Kreis skizziert. In den topfartigen Aufschlußraum 3 ragt zentral die Antriebswelle 12 hinein, die unterhalb des Aufschlußraums 3 über einen Antriebsriemen 24 mit einer Riemenscheibe 22 auf der Abtriebswelle 23 eines Getriebes 21 verbunden ist. Das Getriebe 21 ist an einen Antriebsmotor 11 angeflanscht, der ebenfalls unterhalb des Aufschlußraumes 3 angeordnet ist.

[0046] Der Schwenkdeckel 6 ist ausgeschwenkt um die Achse 73 einer Tragwelle, die senkrecht durch das Gehäuse 2 verläuft. An den Kopf der Tragwelle ist der Schwenkdeckel 6 angeschraubt und kann nach einer Bestückung des Aufschlußraumes 3 über den Aufschlußraum 3 geschwenkt werden. In der in Fig. 2 gezeigten Position des Schwenkdeckels kann der Aufschlußraum 3 sowohl mit einem komplett vorbereiteten Drehgestell, das bereits Druckgefäße positioniert hat, bestückt werden, oder ein bereits eingesetztes Drehgestell ohne seine Abdeckung kann in Arbeitsposition mit Druckgefäßen bestückt werden.

[0047] Die Erfassungs- und Meßposition 13 wird in der Prinzipskizze nach Fig. 2 durch die Lage des Sensors 74 definiert. Die Anordnung der koaxialen Durchführung für die Einkopplung der Mikrowellenenergie über eine Mikrowellenantenne wird mit der koaxialen Durchführungsöffnung 75 in Fig. 2 gezeigt.

[0048] Mit dieser erfindungsgemäßen Vorrichtung ist es möglich, im Intervallbetrieb einerseits die Druckgefäße unter Bewegung zu halten und andererseits in kurzen Pausen die Innentemperatur der Druckgefäße zu überprüfen und die Mikrowellenenergie nachzuregeln. Beispielsweise wird eine Drehphase für 10 und 60 Sekunden aufrechterhalten und anschließend eine weitere Temperaturerfassung innerhalb einer Meßpause von 0,2 bis 5 Sekunden eingelegt. Trotz der relativ komplexen Steuervorgänge sowohl des Antriebs als auch der Temperaturregelung ist die Handhabung der Vorrichtung sicher und mit wenigen Handgriffen beherrschbar.

[0049] Um die Sicherheit zu erhöhen, sind Sicherheits-schalter mit der Tragwelle 14 des Schwenkdeckels 6 gekoppelt, und eine Verriegelungsmechanik 76 ist an dem Schwenkdeckel 6 angeordnet, um ihn bzw. die Verriegelungsmechanik 76 in der geschlossenen Position des Schwenkdeckels 6 mit dem Gehäuse 2 und dessen oberer Abdeckplatte 16 in Eingriff zu bringen.

[0050] Fig. 3 zeigt einen Querschnitt durch ein Drehgestell 7 zur Aufnahme von Keramikdruckgefäßen 25 gemäß einer Ausführungsform der Erfindung nach Fig. 1. Das Drehgestell 7 ist in dieser Ausführungsform als Kunststoffblock 71 ausgeführt, der von einer Kunststoffscheibe als Abdeckung 27 abgedeckt werden kann.

[0051] Der Kunststoffblock 71 ist zylindrisch und weist zylindrische Bohrungen auf, die als Schutzkammer 26 ausgebildet sind. Die Schutzkammern 26 befinden sich radial auswärts und sind im inneren Bodenbereich mit kommunizierenden Bohrungen 30 verbunden, die mit einem radial innenliegenden Ringraum 28 kommunizieren. Bei einem Bersten einer Berstscheibe im Bodenbereich des Druckgefäßes 4 entspannt sich die Reaktionsatmosphäre des Druckgefäßes 4 im Ringraum 28 unter Abkühlung der Reaktionsgase.

[0052] Der Kunststoffblock 71 kann als Drehgestell mit seiner zentralen Kupplungsbohrung 31 von oben in den Aufschlußraum der Vorrichtung nach Fig. 1 eingeführt und auf die Antriebswelle 12 aufgesteckt werden. Die Abdeckung des Kunststoffblockes 27 weist für jede Schutzkammer 26 eine Öffnung 32 auf, durch die eine Ablaßventilmutter 33 herausragt. Diese Ablaßventilmutter 33 kann mit ihrem herausragenden Ansatz, ohne den Kunststoffblock 71 öffnen zu müssen, nach einem Aufschlußzyklus betätigt werden, so daß ein eventuell vorhandener Überdruck in den Druckgefäßen 4 sich entspannen kann.

[0053] Fig. 4 zeigt einen Querschnitt durch ein Keramikdruckgefäß 25 gemäß der Ausführungsform der Erfindung nach Fig. 1. Das Keramikdruckgefäß 25 besteht im wesentlichen aus einem nach oben offenen Keramikdruckbehälter 38, der durch eine Kunststoffdeckelplatte 48 druckfest verschlossen wird, wobei eine zweiteilige Verschlussklammer 49 die Kunststoffdeckelplatte 48 auf den Keramikdruckbehälter 38 preßt.

[0054] Gleichzeitig wird mit der Kunststoffdeckelplatte 48 ein Kunststoffdeckel 53 auf einen Kunststoffeinsatz 39 aus Polytetrafluorethylen gepreßt. Der Kunststoffdeckel 53 ist nach innen domförmig ausgebildet und weist eine Ringlippe 56 auf, die sich an die Innenfläche 57 des Kunststoffeinsatzes 39 anlegt. Insbesondere bei dem hohen Reaktionsdruck wird die Ringlippe 56 des Kunststoffdeckels 53 dichtend an die Innenwand 57 des Kunststoffeinsatzes 39 gepreßt.

[0055] Die Deckelplatte 48 weist eine zentrale Bohrung 50 auf, durch die eine Ablaßventilschraube 51 mit einer zentralen Ventilbohrung 54 und einer Drosselbohrung 80 nach außen herausragt. Die Ventilbohrung 54 der Ablaßventilschraube 51 wird durch eine Ablaßventilmutter 33 verschlossen. Dieses Ablaßventil 52 kann mit Hilfe der herausragenden Ablaßventilmutter 33, wie oben beschrieben, si-

cher betätigt werden, noch während das Druckgefäß nach einem Aufschlußzyklus in dem Drehtellergestell 7 angeordnet ist.

[0056] Da eine sichere Messung der Innentemperatur des Druckgefäßes 4 durch den Keramikdruckbehälter 38 hindurch nicht möglich ist, ist im Mantelbereich 42 des Keramikdruckbehälters 38 eine trichterförmige Meßbohrung 41 vorgesehen, die in der Erfassungs- und Meßposition der erfindungsgemäßen Vorrichtung genau dem Sensor 74, wie er in Fig. 2 gezeigt wird, gegenüber angeordnet ist, um eine sichere Temperaturerfassung und damit Mikrowellenenergie-  
10 regelung durchzuführen. Außerdem wird durch eine Kerbe 60 im äußeren Bodenbereich 37 des Keramikdruckbehälters 38 dafür gesorgt, daß das Druckgefäß 4 in einer korrekten Ausrichtung in der in Fig. 3 gezeigten Schutzkammer 26 des Drehgestells 7 angeordnet werden kann. Dazu sind die Paß-  
15 kerbe 60 und die Paßform im Bodenbereich der Schutzkammer 26 entsprechend formschlüssig aufeinander abgestimmt.

[0057] Der Kunststoffeinsatz 39 weist im Bodenbereich eine Schwachstelle 58 auf, bei der die Wandstärke vermindert ist. Diese Schwachstelle 58 wird in Richtung auf den äußeren Bodenbereich 37 durch eine Berstscheibe 59 abgeschlossen. Die Berstscheibe 59 wird von einer Berstscheibenhalteplatte 43 getragen, die im Bodenbereich des Keramikdruckbehälters 38 angeordnet ist und eine zentrale Boh-  
20 rung 45 aufweist, die mit einer zentralen Bohrung 40 des Keramikdruckbehälters 38 koinzidiert. Bei Überschreitung des zulässigen Höchstdruckes in dem Innenraum des Druckgefäßes 4 bricht zunächst die Schwachstelle 59 im Bodenbereich des Kunststoffeinsatzes 39 ein und die Berstscheibe aus einer Aluminiumlegierung mit einer Dicke von etwa 0,2 mm gibt den Weg frei durch die Bohrungen 45 und 40 in den Bodenbereich der in Fig. 3 gezeigten Schutzkammer 26, so daß sich der Druck über die kommunizierende Bohrung 30 in der Ringkammer 28 des Drehgestells 7, wie in Fig. 3  
25 gezeigt, entspannen kann.

[0058] Fig. 5 zeigt einen teilweisen Querschnitt durch eine Vorrichtung zum Aufschluß von Chemikalien gemäß einer zweiten Ausführungsform der Erfindung. Der wesentliche Unterschied zur Ausführungsform nach Fig. 1 ist, daß bei dieser Ausführungsform die Druckgefäße 4 aus einem massiven Zylinder eines Kunststoffes, vorzugsweise Polyte-  
30 trafluorethylen, gebildet sind, die im Bodenbereich völlig druckdicht abgeschlossen sind und in einen Drehteller 62 mit ihrem Bodenbereich formschlüssig angeordnet sind.

[0059] Der Drehteller 62 ist auf die Antriebswelle 12 mit der Bohrung 31 aufsteckbar. Zur genauen Positionierung weisen die Bodenbereiche der Druckgefäße 4 Paßformen auf, die in entsprechender Aussparung in dem Drehteller 62 formschlüssig eingreifen. Eine Meßbohrung ist bei einem derartigen Aufbau nicht erforderlich, da der Kunststoff, ins-  
35 besondere Polytetrafluorethylen, für die Infrarotstrahlung der Reaktionsprodukte durchlässig ist.

[0060] Eine Überdrucksicherung mit Berstscheibe ist bei dieser Anordnung im Kopfbereich des zylindrischen Druckgefäßes 4 aus Kunststoff angebracht und weist einen Überlauf 67 auf, der in einen Rohransatz 66 übergeht, welcher wiederum in einen ringförmigen Behälter 64 hineinragt, durch eine Abdeckung 65 des ringförmigen Behälters 64 hindurch. Der ringförmige Behälter 64 ist Teil eines zentralen Aufbaus 63 auf dem Drehteller 62.

[0061] Auch in der zweiten Ausführungsform der Erfindung ist ein Schwenkdeckel 6 vorgesehen, so daß der gesamte Aufbau mit Drehteller 62 und Druckgefäßen 64 von oben eingebracht werden kann. Dabei kann die gesamte Baugruppe auf dem Drehteller 62 vormontiert sein ein-  
40 schließlich der Druckgefäße 4 oder es können auch einzelne

Druckgefäße 4 nach Aufstecken des Drehtellers 62 mit montiertem zentralen Aufbau 63 einzeln von oben in den Aufschlußraum 3 eingefügt und auf dem Drehteller 62 positioniert werden.

5 [0062] Die Einkopplung der Mikrowellenenergie über eine Antenne 8 im Bodenbereich 9 des Aufschlußraumes 3 ist in dieser Ausführungsform genauso ausgeführt wie bei der ersten Ausführungsform. Auch die Regelungsvorrichtung und die Steuerung sind analog ausgelegt, so daß eine sich wiederholende Erläuterung hier weggelassen wird. Wie bei der Ausführungsform 1 weist das Gehäuse 2 eine Öffnung 17 auf, über die aus dem Aufschlußraum gasförmige Chemikalien abgepumpt werden können, bevor der Schwenkdeckel nach einem Aufschlußzyklus geöffnet wird.

#### Bezugszeichenliste

- 1 Mikrowellenofen
- 2 mikrowellendichtes Gehäuse
- 3 Aufschlußraum
- 4 Druckgefäß
- 5 Transporteinrichtung
- 6 Schwenkdeckel
- 7 Drehgestell
- 8 Mikrowellenantenne
- 9 Bodenbereich
- 10 Regelvorrichtung
- 11 Antriebsmotor
- 12 Antriebswelle
- 13 Erfassungs- und Regelungsposition
- 14 Tragwelle
- 15 Bodenplatte
- 16 Abdeckplatte
- 17 Absaugöffnung
- 18 Absaugstutzen
- 19 Verbindungsrohr
- 20 Öffnung in der Innenwand
- 21 Getriebe
- 22 Riemenscheibe
- 23 Antriebswelle
- 24 Antriebsriemen
- 25 Keramikdruckgefäß
- 26 Schutzkammer
- 27 Abdeckung
- 28 Ringraum
- 29 zentraler Bereich
- 30 Bohrungen
- 31 Kopplungsbohrung
- 32 Öffnungen zu jeder Schutzkammer in der Abdeckung
- 33 Ablassventilmuttern
- 34 innerer Bodenbereich
- 35 Paßformen innen
- 36 Paßformen außen
- 37 äußerer Bodenbereich
- 38 Keramikdruckbehälter
- 39 Kunststoffeinsatz
- 40 zentrale Bohrung
- 41 Meßbohrung
- 42 Mantelbereich
- 43 Berstscheibenhalteplatte
- 44 Boden des Keramikdruckbehälters
- 45 zentrale Bohrung
- 46 Berstscheibe
- 47 Abdeckbereich des Keramikdruckbehälters
- 48 Deckelplatte
- 49 zweiteilige Verschußklammer
- 50 zentrale Bohrung der Deckelplatte
- 51 Ablassventilschraube

52	Ablaßventil	
53	Kunststoffdeckel des Kunststoffeinsatzes	
54	Ablaßventilbohrung	
55	Innenkontur	
56	Dichtlippe	5
57	Innenfläche des Kunststoffeinsatzes	
58	Schwachstelle oder Sollbruchstelle	
59	Berstscheibe	
60	Paßkerbe	
61	Vorsprung im Bodenbereich der Schutzkammer	10
62	Drehteller	
63	zentraler Aufbau auf Drehteller	
64	ringförmiger Behälter	
65	Abdeckung	
66	Rohransatz	15
67	Überlauf	
68	Anzeigetafel	
69	Hohlleiter	
70	koaxiale Durchführung	
71	Kunststoffblock	20
72	Frontseite	
73	Achse	
74	Sensor	
75	Durchführungsöffnung	
76	Verriegelungsmechanik	25
80	Drosselbohrung	

## Patentansprüche

1. Vorrichtung zum Aufschluß von Chemikalien unter Druck und Temperatur in einem Mikrowellenofen (1) mit einem mikrowellendichten Gehäuse (2), der einen Aufschlußraum (3) mit mehreren Druckgefäßen (4) aus mikrowellendurchlässigem Material zur Aufnahme des Probenmaterials und eine Transporteinrichtung (5) zum in Bewegung Halten der Druckgefäße (4) in dem Mikrowellenofen (1) aufweist, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Vorrichtung einen seitlich wegschwenkbaren Schwenkdeckel (6) aufweist, zum Öffnen und zum mikrowellendichten Schließen des Aufschlußraumes (3) und zum Beschicken des Aufschlußraumes (3) mit einem Drehgestell (7), in dem die Druckgefäße (4) positionierbar sind, wobei zur Mikrowelleneinkopplung eine koaxiale Durchführung (70) und eine Antenne (8) in dem Bodenbereich (9) des Aufschlußraumes (3) angeordnet ist und die Mikrowellenenergie mittels einer Regelvorrichtung (10) regelbar ist, wobei die Regelvorrichtung einen Mikroprozessor, einen Antriebsmotor (11) mit einer zentralen, in den Aufschlußraum hineinragenden Antriebswelle (12) zum Steuern des Drehgestells (7) aufweist, und die Antriebswelle (12) derart gesteuert ist, daß ein erstes Druckgefäß (4) in einer Erfassungs- und Regelungsposition (13) für die Innentemperatur des Druckgefäßes (4) positionierbar ist und nach wenigstens einer Umdrehung des Drehgestells (7) ein weiteres Druckgefäß (4) in der Erfassungs- und Regelungsposition (13) angeordnet ist.
2. Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Schwenkdeckel (6) an dem Kopfende einer drehbar gelagerten senkrechten Tragwelle (14) befestigt ist.
3. Vorrichtung nach Anspruch 1 oder Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Tragwelle (14) an einer Bodenplatte (15) des Gehäuses (2) und an einer Abdeckplatte (16) des Gehäuses (2) gelagert ist.
4. Vorrichtung nach Anspruch 2 oder Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß elektrische Sicherheitsschalter an der Tragwelle 14 des Schwenkdeckels (6)

- angeordnet sind.
5. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der Schwenkdeckel (6) in seiner den Aufschlußraum (3) schließenden Position in einem Verriegelungsmechanismus der Vorrichtung einrastbar ist.
6. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das Gehäuse (2) eine Absaugöffnung (17) mit Absaugstutzen (18) aufweist, die über ein Verbindungsrohr (19) mit einer Öffnung (20) in der Innenwand des Aufschlußraumes (3) kommuniziert.
7. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß der Antriebsmotor (11) über ein Getriebe (21) und eine Abtriebswelle (23) eine Riemenscheibe (22) antreibt, die über einen Antriebsriemen (24) mit der Antriebswelle (12) gekoppelt ist, wobei der Antriebsmotor (11) und das Getriebe (21) mit einem Regler in Wirkverbindung stehen.
8. Vorrichtung nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß der Antriebsriemen (24) ein Zahnriemen ist.
9. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das Drehgestell (7) mikrowellendurchlässiges Material aufweist.
10. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das Drehgestell (7) zur Aufnahme von Keramikdruckgefäßen (25) Schutzkammern (26) mit einer Abdeckung (27) aufweist, wobei die Schutzkammern jedes einzelne Keramikdruckgefäß (25) umgeben.
11. Vorrichtung nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß das Drehgestell (7) einen zentralen Bereich (29) aufweist, der auf die Antriebswelle (12) im Aufschlußraum (3) steckbar ist und einen abgedeckten Ringraum (28) aufweist, der den zentralen Bereich (29) umgibt und der über kommunizierende Bohrungen (30) mit jeder der Schutzkammern (26) verbunden ist, die ihrerseits radial auswärts um den Ringraum (28) herum angeordnet sind.
12. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das Drehgestell (7) ein zylindrischer Kunststoffblock ist, der Zylinderbohrungen als Schutzkammern (26) für Druckgefäße (4), als Kopplungsbohrung (21) zur Antriebswelle (23) hin und als Ringraum (28) zum Sammeln von Probenresten aufweist, wobei die Schutzkammern (26) und der Ringraum (28) durch eine angepaßte Abdeckung (27) nach oben abgeschlossen sind.
13. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 10 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß die Abdeckung (27) Öffnungen (32) zu jeder Schutzkammer (26) aufweist, wobei Ablaßventilmutter (33) der Druckgefäße (4) aus der Abdeckung (27) durch die Öffnungen (32) herausragen.
14. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 10 bis 13, dadurch gekennzeichnet, daß die Schutzkammern (26) in ihrem inneren Bodenbereich (34) Paßformen (35) aufweisen, die Paßformen (36) im äußeren Bodenbereich (37) der Druckgefäße zur Positionierung der Druckgefäße (4) in den Schutzkammern (26) entsprechen.
15. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das Druckgefäß (4) einen Keramikdruckbehälter (38) mit einem Kunststoffeinsatz (39) aufweist.
16. Vorrichtung nach Anspruch 16, dadurch gekennzeichnet, daß der Keramikdruckbehälter (38) eine zy-

lindrische Form und eine zentrale Bohrung (40) im Bodenbereich aufweist.

17. Vorrichtung nach Anspruch 15 oder Anspruch 16, dadurch gekennzeichnet, daß der Keramikdruckbehälter (38) eine trichterförmige Meßbohrung (41) als Temperaturmeßfenster in seinem Mantelbereich (42) aufweist.

18. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 15 bis 17, dadurch gekennzeichnet, daß das Druckgefäß (4) eine Berstscheibenhalteplatte (43) aus Kunststoff aufweist, die auf dem Boden (44) des Keramikdruckbehälters (38) angeordnet ist und eine zentrale Bohrung (45) aufweist, die der zentralen Bohrung (40) im Bodenbereich des Keramikdruckbehälters (38) entspricht und durch eine Berstscheibe (46) abgedeckt ist.

19. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 15 bis 18, dadurch gekennzeichnet, daß der Keramikdruckbehälter (38) im Abdeckbereich (47) von einer Deckelplatte (48) aus Kunststoff verschlossen ist, die mittels einer zweiteiligen Verschlussklammer (49) auf den Keramikdruckbehälter (38) in einem Preßsitz gehalten ist.

20. Vorrichtung nach Anspruch 19, dadurch gekennzeichnet, daß die Deckelplatte (48) eine zentrale Bohrung (50) aufweist, durch die eine Abblaßventilschraube (51) eines Abblaßventils (52) nach außen hindurchragt, wobei die Abblaßventilschraube (51) ein integraler Teil eines Kunststoffdeckels (53) ist, der den Kunststoffeinsatz (39) des Keramikdruckgefäßes (25) verschließt.

21. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 15 bis 20, dadurch gekennzeichnet, daß der Kunststoffeinsatz (39) einen Kunststoffdeckel (53) mit einer zentralen Abblaßventilbohrung (54) aufweist, dessen Innenkontur (55) domförmig zum Inneren des Kunststoffeinsatzes (39) ausgebildet ist und eine ringförmige Dichtlippe (56), die im Querschnitt keilförmig auf die zylindrische Innenfläche (57) des Kunststoffeinsatzes (39) zulaufend geformt ist, aufweist.

22. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 19 bis 21, dadurch gekennzeichnet, daß der Kunststoffeinsatz (39) im Deckelbereich durch eine Abblaßventilmutter (33) abgeschlossen ist.

23. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 19 bis 22, dadurch gekennzeichnet, daß der Kunststoffeinsatz (39) im Bodenbereich eine Schwachstelle (58) aufweist, die der zentralen Bohrung (45) in der Berstscheibenhalteplatte (43) angepaßt ist und von einer Berstscheibe (59) gestützt ist.

24. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 19 bis 23, dadurch gekennzeichnet, daß die Berstscheibe (59) aus einer Metallfolie, vorzugsweise aus einer Aluminiumlegierungsfolie hergestellt ist.

25. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 15 bis 24, dadurch gekennzeichnet, daß der Keramikdruckbehälter (38) im äußeren Bodenbereich (37) eine Paßkerbe (60) aufweist, die einem entsprechenden Vorsprung (61) in dem Innenbereich (34) des Bodens der Schutzkammer (26) zur formschlüssigen Positionierung des Druckgefäßes (4) angepaßt ist.

26. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 19 bis 25, dadurch gekennzeichnet, daß die Deckelplatte (48) und die Berstscheibenhalteplatte (43) aus Polyaryletherketon und der Kunststoffeinsatz (39) und der Kunststoffdeckel (53) aus Polytetrafluorethylen sind, sowie der Keramikdruckbehälter (38) vorzugsweise aus Aluminiumoxid ist.

27. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das Drehgestell (7) einen massiven Drehteller (62) mit Paßformen zur

Aufnahme der Bodenbereiche der Druckgefäße (4) aufweist.

28. Vorrichtung nach Anspruch 27, dadurch gekennzeichnet, daß der Drehteller (62) einen zentralen Aufbau (63) trägt, der einen ringförmigen Behälter (64) mit einer Abdeckung (65) aufweist, wobei die Abdeckung (65) des ringförmigen Behälters (64) Öffnungen aufweist, in die ein Rohransatz (66) eines Überlaufs (67) des Druckgefäßes (4) hineinragt.

29. Vorrichtung nach Anspruch 28, dadurch gekennzeichnet, daß der Überlauf (67) des Druckgefäßes (4) im Kopfbereich des Druckgefäßes (4) eine Berstscheibe aufweist.

30. Vorrichtung nach Anspruch 28, dadurch gekennzeichnet, daß der Überlauf (67) des Druckgefäßes (4) mit einem Überdruckventil für das Druckgefäß (4) verbunden ist.

31. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das Druckgefäß (4) aus einem massiven Kunststoff gebildet ist und vorzugsweise aus Polytetrafluorethylen besteht.

32. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das Drehgestell (7) aus Polytetrafluorethylen hergestellt ist.

33. Vorrichtung nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Vorrichtung eine interaktive Anzeigentafel (48) aufweist, die in Wirkverbindung mit der Regelvorrichtung steht und Betriebszustände anzeigt, Parameteränderungen aufnimmt und den Gesamtablauf eines Aufschlußzyklus steuert und protokolliert.

---

Hierzu 5 Seite(n) Zeichnungen

---



- Leerseite -

Fig. 1

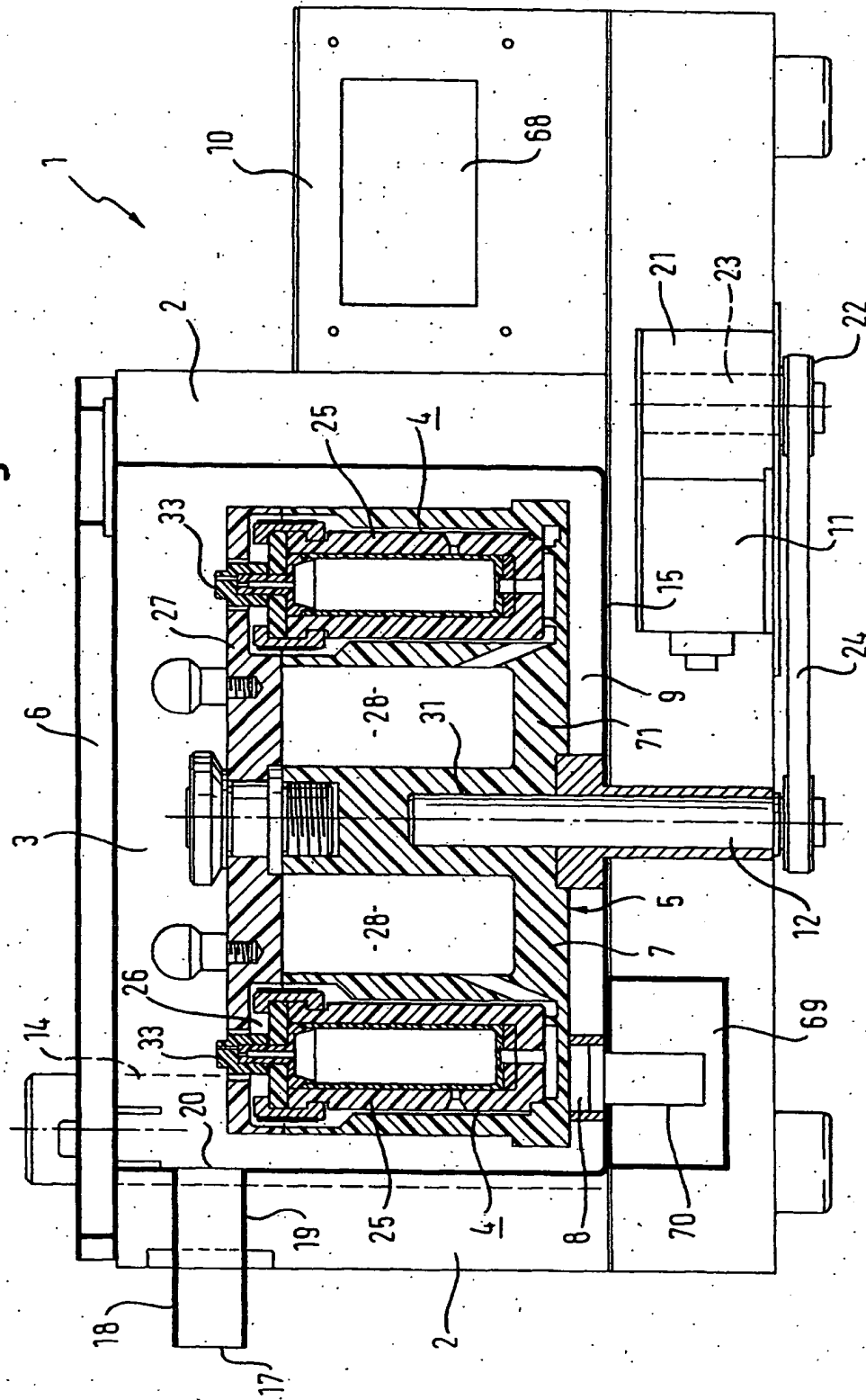


Fig. 2

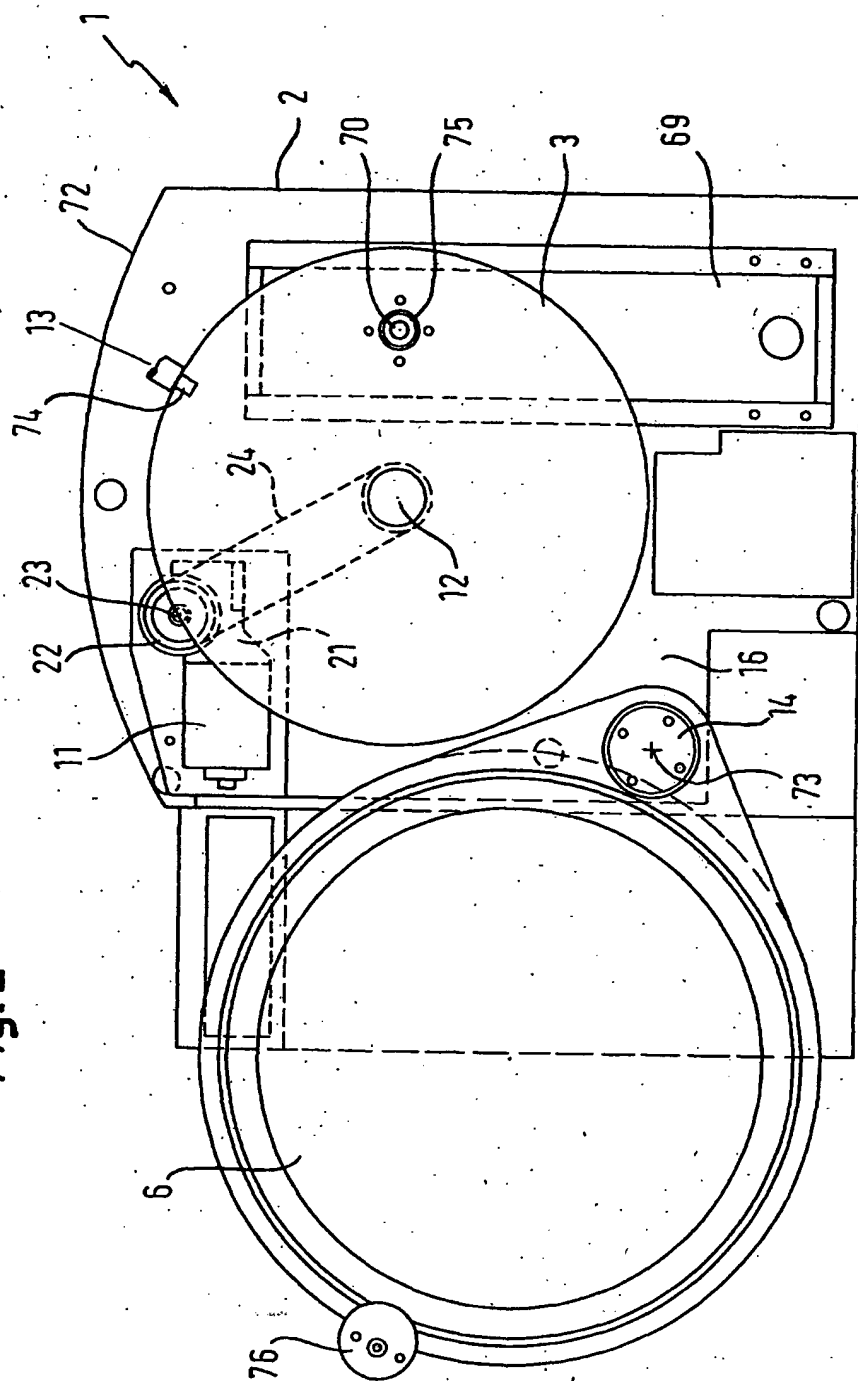


Fig. 3

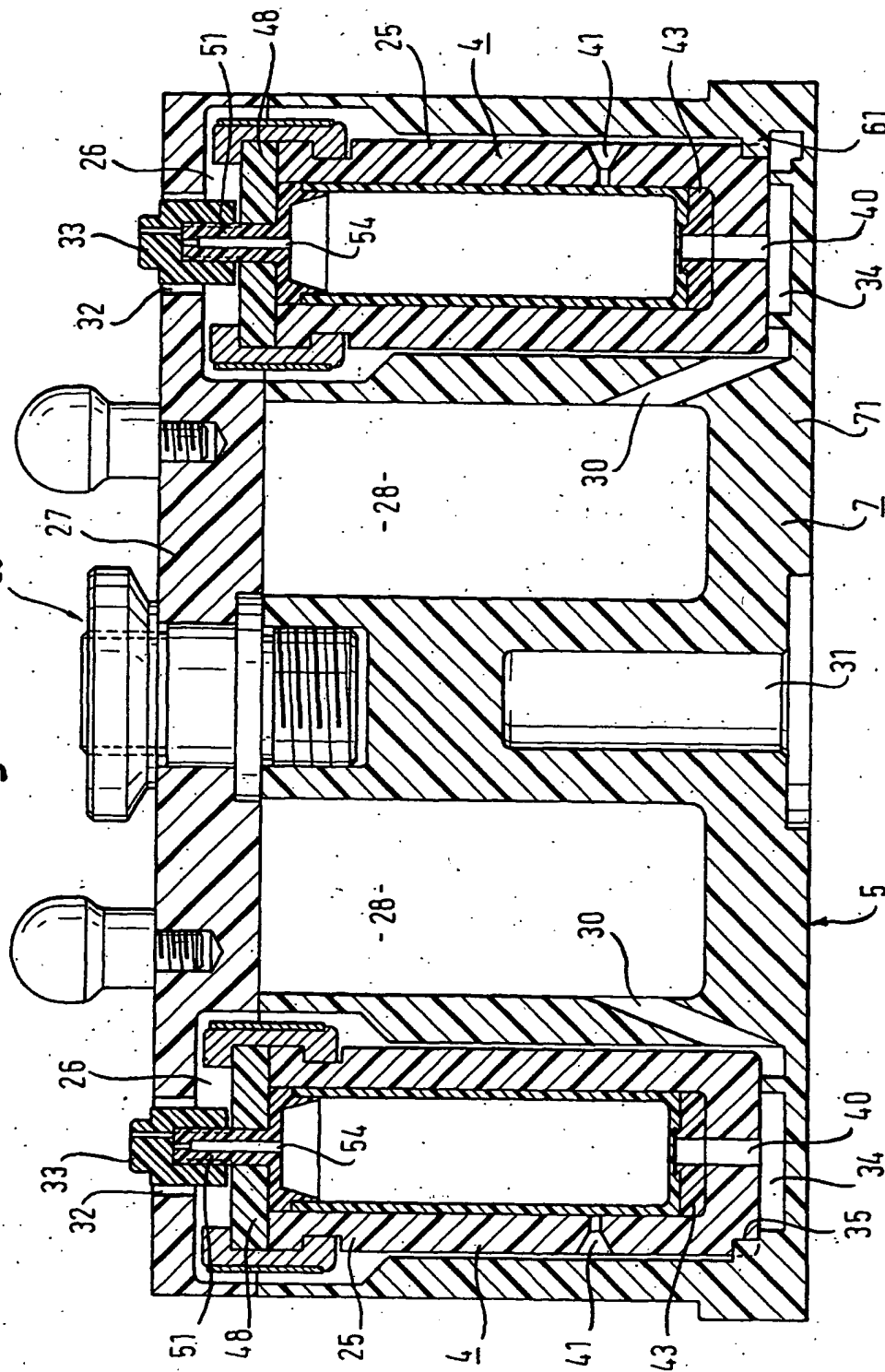


Fig. 4

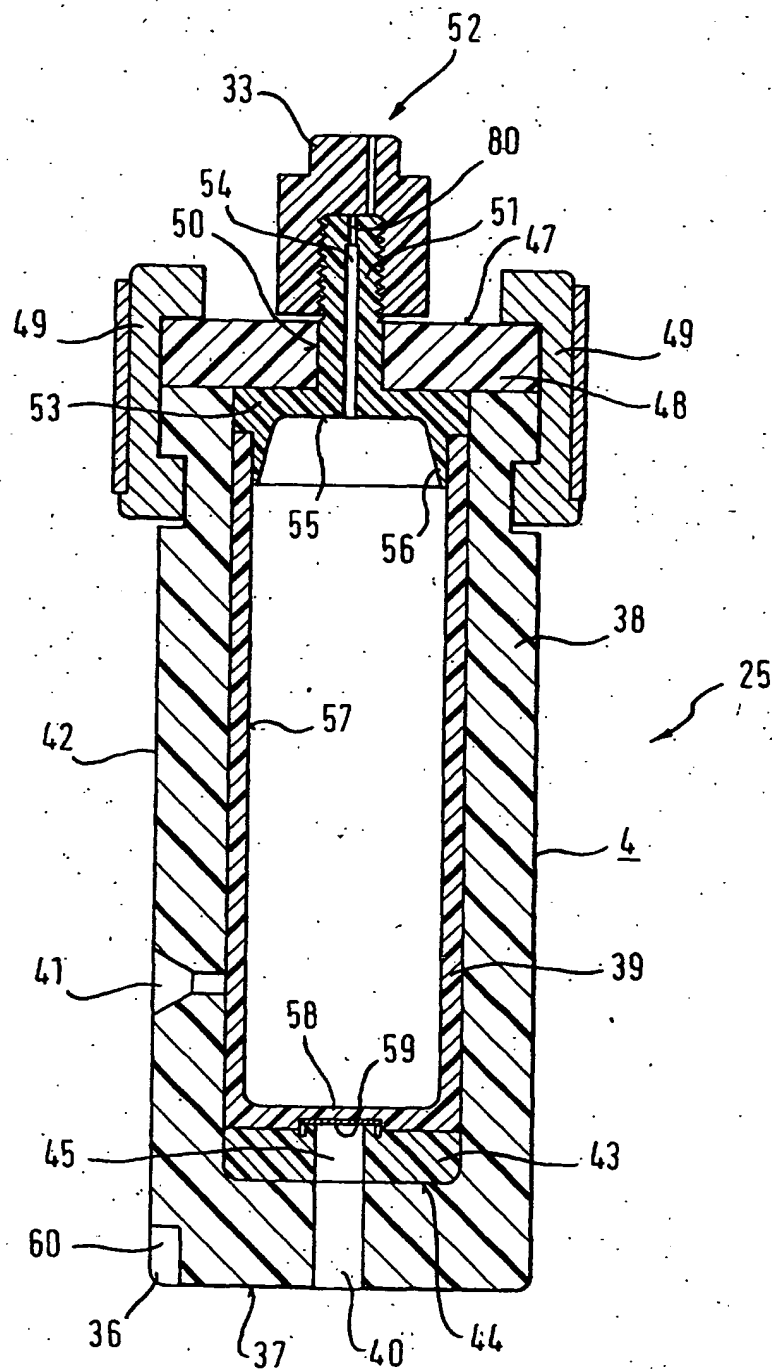
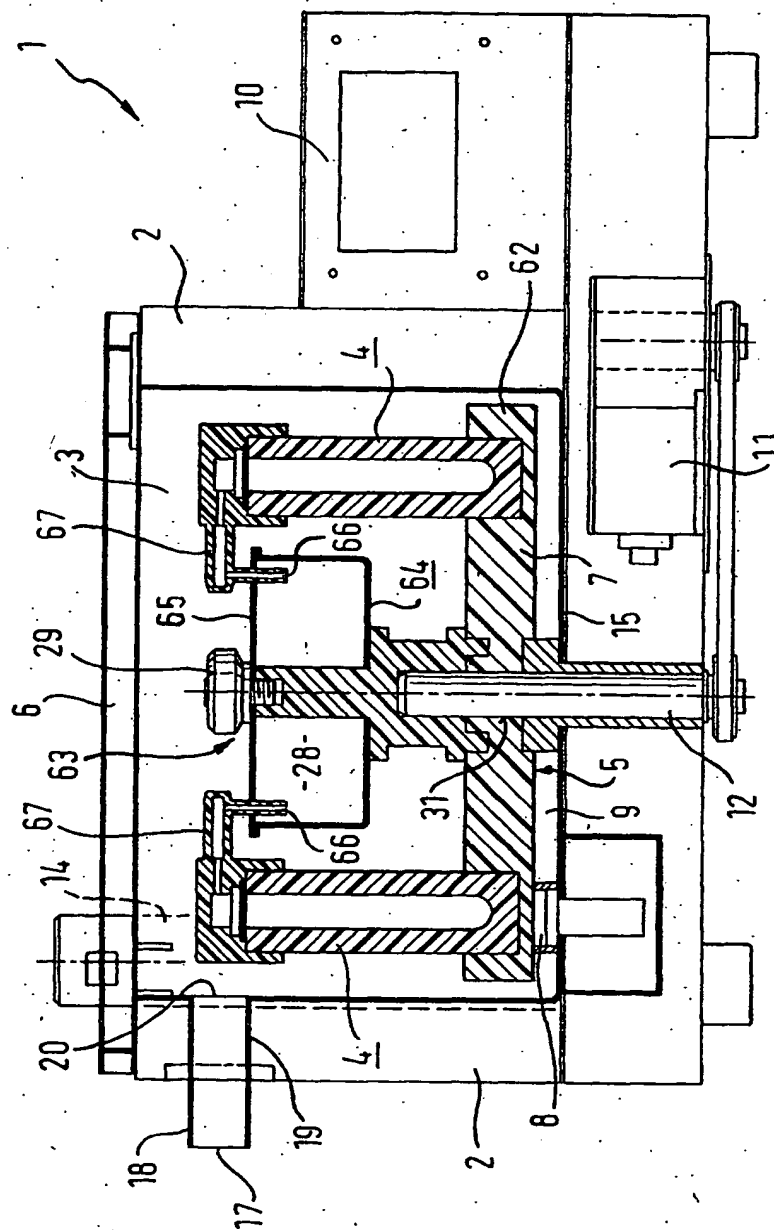


Fig. 5



TITLE: Device for digesting chemicals comprises microwave oven having housing containing digestion chamber having several pressure vessels of microwave-permeable material, and pivoting lid for opening and closing digestion chamber

INVENTOR: KRAEMER, R

PATENT-ASSIGNEE: BERGHOF LABORPRODUKTE GMBH[BERGN]

PRIORITY-DATA: 2000DE-1016962 (April 6, 2000)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
DE 10016962 A1	October 25, 2001	N/A	013	B01L 007/00

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO	APPL-DATE
DE 10016962A1	N/A	2000DE-1016962	April 6, 2000

INT-CL (IPC): B01J003/04, B01J019/12, B01L007/00, G01J005/08

ABSTRACTED-PUB-NO: DE 10016962A

BASIC-ABSTRACT:

NOVELTY - Device for digesting chemicals comprises a microwave oven (1) having a housing (2) containing a digestion chamber (3) having several pressure vessels (4) of microwave-permeable material; and a pivoting lid (6) for opening and closing the digestion chamber. A coaxial duct (70) and an antenna (8) are arranged in the base of the digestion chamber for microwave coupling. The microwave energy is regulated using a regulating device (10) having a microprocessor, a drive motor (11) and a drive shaft (12). The drive shaft is controlled in such a way that a first pressure vessel (4) can be positioned in a regulating position (13) for the inner temperature of the vessel.

DETAILED DESCRIPTION - Preferred Features: The pivoting lid is fixed to the head end of a vertically rotating support shaft (14) which is positioned on a base plate (15) of the housing and on the covering plate (16) of the housing. The pressure vessel has a ceramic pressure container with a plastic insert.

USE - Used for digesting chemicals.

ADVANTAGE - The digesting cycle can be automated.

DESCRIPTION OF DRAWING(S) - The drawing shows a cross-section through the device.

microwave oven 1

housing 2

digestion chamber 3

pressure vessels 4

pivoting lid 6

antenna 8

regulating device 10

drive motor 11

drive shaft 12

regulating position 13

vertically rotating support shaft 14

base plate 15

covering plate 16

coaxial duct 70